

## Polyvinyl alcohol composition, process for the preparation thereof and the use thereof

**Publication number:** DE3110166

**Publication date:** 1982-09-23

**Inventor:** HARREUS ALBRECHT DR (DE); ZIMMERMANN  
WOLFGANG DR (DE)

**Applicant:** HOECHST AG (DE)

**Classification:**

**- international:** **C08F261/04; C08L51/08; C08F261/00; C08L51/00;**  
(IPC1-7): C08L51/08; B65D65/38; C08J5/18; C08K5/05;  
C08L29/04

**- european:** C08F261/04; C08L51/08

**Application number:** DE19813110166 19810316

**Priority number(s):** DE19813110166 19810316

**Also published as:**



DD201687 (B)

**Report a data error here**

### Abstract of **DE3110166**

A moulding composition based on polyvinyl alcohol principally comprises two different partially solubilised polyvinyl esters, of which one is a graft copolymer of a vinyl ester with a polyethylene glycol, and water and optionally a polyhydric alkanol. The composition is obtained by mixing the polymers, each employed in granular form, with the other components. It is water-soluble, thermoplastic and free-flowing and is suitable for the production of mouldings of all types, in particular films.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

**BEST AVAILABLE COPY**

⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 31 10 166 A 1**

⑥ Int. Cl. 3:  
**C 08 L 51/08**

C 08 L 29/04  
C 08 K 5/05  
C 08 J 5/18  
B 65 D 65/38

⑳ Aktenzeichen:  
㉔ Anmeldetag:  
㉕ Offenlegungstag:

P 31 10 166.6  
16. 3. 81  
23. 9. 82

㉑ Anmelder:  
Hochat AG, 8000 Frankfurt, DE

⑥ Zusatz zu: P 30 17 744.7

㉒ Erfinder:  
Harréus, Albrecht, Dr.; Zimmermann, Wolfgang, Dr., 6233  
Kelkheim, DE

⑤ **Polyvinylalkohol-Komposition, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihrer Verwendung**

Eine Formmasse auf der Basis von Polyvinylalkohol besteht in der Hauptsache aus zwei verschiedenen, partiell solvolytierten Polyvinylestem, von denen einer ein Pfropfcopolymer eines Vinylesters mit einem Polyethylenglykol ist, sowie Wasser und gegebenenfalls einem mehrwertigen Alkanol. Die Masse wird durch Vermischen der jeweils in Granulatform eingesetzten Polymeren mit den übrigen Komponenten erhalten. Sie ist wasserlöslich, thermoplastisch verarbeitbar und rieselfähig und eignet sich zur Herstellung beliebiger Formkörper, insbesondere Folien.

(31 10 166)

DE 31 10 166 A 1

DE 31 10 166 A 1

16.07.81

- 14 -

3110166  
HOE 81/F 013

PATENTANSPRÜCHE:

1. Wasserlösliche, thermoplastisch verarbeitbare, riesel-  
fähige Polyvinylalkohol-Komposition (nach Patentan-  
5 meldung P 30 17 744.7), bestehend aus
  - a) 30 bis 95 Gewichtsprozent eines partiell solvolysierten Pfropfcopolymers eines Vinylesters mit  
einem Polyethylenglykol, das ein Molekulargewicht  
10 von 5000 bis 1 000 000 aufweist, wobei die Viskosität der 4gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung  
des partiell solvolysierten Pfropfcopolymers 3 bis  
40 mPa·s beträgt (gemessen bei einer Temperatur  
von 20°C),  
15
  - b) 2 bis 40 Gewichtsprozent Wasser,
  - c) 0 bis 20 Gewichtsprozent eines mehrwertigen Alkanols  
mit einem Schmelzpunkt von 25 bis 100°C und  
20
  - d) 60 bis 3 Gewichtsprozent eines partiell solvolysierten Polyvinylesters mit einer Esterzahl von  
50 bis 280 mg KOH/g, wobei die Viskosität der 4-  
gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung des partiell  
25 solvolysierten Polyvinylesters 3 bis 40 mPa·s  
beträgt (gemessen bei einer Temperatur von 20°C).
2. Verfahren zur Herstellung einer wasserlöslichen, thermo-  
plastisch verarbeitbaren, rieselfähigen Polyvinyl-  
30 alkohol-Komposition (nach Patentanmeldung 30 17 744.7),  
dadurch gekennzeichnet, daß
  - a) 30 bis 95 Gewichtsteile eines in Granulatform vor-  
liegenden partiell solvolysierten Pfropfcopolymers  
35 eines Vinylesters mit einem Polyethylenglykol, das  
ein Molekulargewicht von 5000 bis 1 000 000 auf-  
weist, wobei die Viskosität der 4gewichtsprozentigen  
wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Pfropf-

16.03.81

- 42 -

3110166  
HOE 81/F 053

copolymers 3 bis 40 mPa·s beträgt (gemessen bei einer Temperatur von 20°C),

b) 2 bis 40 Gewichtsteile Wasser,

c) 0 bis 20 Gewichtsteile eines mehrwertigen Alkanols mit einem Schmelzpunkt von 25 bis 100°C und

d) 60 bis 3 Gewichtsteile eines in Granulatform vorliegenden partiell solvolysierten Polyvinylesters mit einer Esterzahl von 50 bis 280 mg KOH/g, wobei die Viskosität der 4gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Polyvinylesters 3 bis 40 mPa·s beträgt (gemessen bei einer Temperatur von 20°C),

bei einer Temperatur von 20 bis 60°C intensiv und homogen miteinander vermischt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten a) und d) jeweils in Form von Partikeln verwendet werden, die zu mindestens 70 Gewichtsprozent Durchmesser von 0,2 bis 3,5 mm aufweisen.
4. Verwendung der Polyvinylalkohol-Komposition nach Anspruch 1 als Material zur Herstellung von wasserlöslichen Formkörpern.
5. Folie, hergestellt aus der Polyvinylalkohol-Komposition nach Anspruch 1.
6. Verwendung der Folie gemäß Anspruch 4 als Umhüllung für chemisch aggressive Substanzen.

16.03.81

3110166

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT HOE 81/F 053

Dr.EG/Wa

3

Polyvinylalkohol-Komposition, Verfahren zu ihrer  
Herstellung und ihre Verwendung

Die Erfindung betrifft eine wasserlösliche, thermoplastisch verarbeitbare, rieselfähige Polyvinylalkohol-Komposition, Verfahren zur Herstellung dieser Komposition und ihre Verwendung.

5

Die Herstellung wasserlöslicher, modifizierter Polyvinylalkohole (PVAL) durch Solvolyse eines Ppropfcopolymerisats von einem oder mehreren Vinylestern auf Polyalkylen-glykole ist bereits bekannt (vgl. deutsche Patent-  
10 schriften 10 81 229 und 10 94 457 = britische Patent-  
schriften 922 458 und 922 459). Die danach erhaltenen  
Produkte enthalten entweder mindestens 50 Gewichtsprozent  
oder weniger als 50 Gewichtsprozent Vinylalkohol-Ein-  
heiten; sie eignen sich als Material für die Herstellung  
15 weicher, leicht wasserlöslicher, klar durchsichtiger  
Folien, die sich sowohl aus Lösung als auch thermoplastisch  
verarbeiten lassen. Allerdings werden bei der Folienher-  
stellung Verarbeitungstemperaturen von mindestens 200°C  
benötigt, wodurch das Material zum Teil zersetzt und  
20 verfärbt wird. Ferner ist die Polymerschmelze inhomogen,  
was beim Blasextrusionsverfahren zu instabilen Folien-  
blasen führt und eine kontinuierliche Verarbeitung des  
Materials durch Extrusion oder Spritzgießen unmöglich  
macht.

25

Ferner ist ein weichmacherhaltiges Polyvinylalkohol-Granulat bekannt, das den Weichmacher in gleichmäßiger Verteilung enthält und überwiegend aus Partikeln mit Durchmessern im Bereich von 0,4 bis 4 mm besteht (vgl.  
30 europäische Patentveröffentlichung Nr. 4587). Dabei erfolgt das Einmischen des Weichmachers in Gegenwart einer geringen Menge Wasser, ohne daß der Polyvinylal-  
kohol dadurch gelöst wird, und während des Mischvorgangs wird die Temperatur derart erhöht und wieder gesenkt, daß

die Partikel des Polyvinylalkohols quellen und vorübergehend agglomerieren. Das bekannte Polyvinylalkohol-Granulat eignet sich zur Herstellung von Formkörpern aller Art, insbesondere Folien.

5

Aufgabe der Erfindung ist die Bereitstellung einer Formmasse auf der Basis von Polyvinylalkohol, die wasserlöslich und rieselfähig ist, sich in einfacher Weise und insbesondere kontinuierlich thermoplastisch verarbeiten  
10 läßt und als Material zur Herstellung von Folien geeignet ist.

Eine Lösung dieser Aufgabe ist in der Patentanmeldung P 30 17 744.7 beschrieben. Die vorliegende Erfindung ist  
15 eine weitere Ausbildung des Gegenstandes der vorgenannten älteren Patentanmeldung.

Die Erfindung betrifft nun eine wasserlösliche, thermoplastisch verarbeitbare, rieselfähige Polyvinylalkohol-  
20 Komposition (nach Patentanmeldung P 30 17 744.7), bestehend aus

a) 30 bis 95 Gewichtsprozent eines partiell solvolysierten Pfropfcopolymers eines Vinylesters mit einem Poly-  
25 ethylenglykol, das ein Molekulargewicht von 5000 bis 1 000 000 aufweist, wobei die Viskosität der 4gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Pfropfcopolymers 3 bis 40 mPa·s beträgt (gemessen bei einer Temperatur von 20°C),

30

b) 2 bis 40 Gewichtsprozent Wasser,

c) 0 bis 20 Gewichtsprozent eines mehrwertigen Alkanols mit einem Schmelzpunkt von 25 bis 100°C und

35

d) 60 bis 3 Gewichtsprozent eines partiell solvolysierten Polyvinylesters mit einer Esterzahl von 50 bis 250 mg

15.03.81

3110166

- 3 -  
5

KOH/g, wobei die Viskosität der 4gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Polyvinylesters 3 bis 40 mPa·s beträgt (gemessen bei einer Temperatur von 20°C).

5

Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung einer wasserlöslichen, thermoplastisch verarbeitbaren, rieselfähigen Polyvinylalkohol-Komposition, (nach Patentanmeldung P 30 17 744.7), das dadurch gekennzeichnet ist, daß

a) 30 bis 95 Gewichtsteile eines in Granulatform vorliegenden partiell solvolysierten Pfropfcopolymers eines Vinylesters mit einem Polyethylenglykol, das ein Molekulargewicht von 5000 bis 1 000 000 aufweist, wobei die Viskosität der 4gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Pfropfcopolymers 3 bis 40 mPa·s beträgt (gemessen bei einer Temperatur von 20°C),

20

b) 2 bis 40 Gewichtsteile Wasser,

c) 0 bis 20 Gewichtsteile eines mehrwertigen Alkanols mit einem Schmelzpunkt von 25 bis 100°C und

25

d) 60 bis 3 Gewichtsteile eines in Granulatform vorliegenden partiell solvolysierten Polyvinylesters mit einer Esterzahl von 50 bis 250 mg KOH/g, wobei die Viskosität der 4gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Polyvinylesters 3 bis 40 mPa·s beträgt (gemessen bei einer Temperatur von 20°C),

30

bei einer Temperatur von 20 bis 60°C intensiv und homogen miteinander vermischt werden.

35

Weiterhin betrifft die Erfindung die Verwendung einer wasserlöslichen, thermoplastisch verarbeitbaren, riesel-

fähigen Polyvinylalkohol-Komposition, die aus

- 5 a) 30 bis 95 Gewichtsprozent eines partiell solvolysierten  
Pfropfcopolymers eines Vinylesters mit einem Poly-  
ethylenglykol, das ein Molekulargewicht von 5000 bis  
1 000 000 aufweist, wobei die Viskosität der 4gewichts-  
prozentigen wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten  
Pfropfcopolymers 3 bis 40 mPa·s beträgt (gemessen bei  
einer Temperatur von 20°C),
- 10 b) 2 bis 40 Gewichtsprozent Wasser,
- c) 0 bis 20 Gewichtsprozent eines mehrwertigen Alkanols  
mit einem Schmelzpunkt von 25 bis 100°C und
- 15 d) 60 bis 3 Gewichtsprozent eines partiell solvolysierten  
Polyvinylesters mit einer Esterzahl von 50 bis 250 mg  
KOH/g, wobei die Viskosität der 4gewichtsprozentigen  
wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Polyvinyl-  
20 esters 3 bis 40 mPa·s beträgt (gemessen bei einer  
Temperatur von 20°C),

besteht, als Material zur Herstellung von wasserlöslichen  
Formkörpern, insbesondere Folien.

- 25 Das erfindungsgemäß verwendete modifizierte Pfropfcopoly-  
mer wird in bekannter Weise durch partielle Solvolyse  
eines Pfropfcopolymers, das durch Pfropfung eines Vinyl-  
esters oder mehrerer Vinylester auf ein Polyalkylenglykol  
30 erhalten worden ist, hergestellt (vgl. z.B. deutsche  
Patentschriften 10 81 229 und 10 94 457).

Die Solvolyse wird zweckmäßigerweise mit einem Alkanol,  
insbesondere Methanol, durchgeführt (Methanolyse). Als  
15 Polyalkylenglykol wird dabei Polyethylenglykol verwendet,  
das üblicherweise ein mittleres Molekulargewicht (Gewichts-  
mittel) von 5000 bis 1 000 000 und insbesondere von  
10 000 bis 50 000 aufweist.

16.03.81  
- 8 - 7

3110166

Als Vinylester wird vor allem ein Vinylester eingesetzt, dessen Säurekomponente 2, 3 oder 4 Kohlenstoffatome aufweist, nämlich Vinylacetat, Vinylpropionat und Vinylbutyrat. Vinylacetat ist besonders bevorzugt. Der Polymerisationsgrad (Gewichtsmittel) des partiell solvolysierten Pfropfcopolymers liegt im Bereich von 300 bis 3000, vorzugsweise von 400 bis 2000. Die Viskosität der 4gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Pfropfcopolymers beträgt 3 bis 40 mPa·s, vorzugsweise 3 bis 15 mPa·s (gemessen bei einer Temperatur von 20°C).

Besonders geeignet ist ein partiell solvolysiertes Pfropfcopolymer, das 40 bis 80 Gewichtsprozent, vorzugsweise 50 bis 70 Gewichtsprozent, Vinylalkoholeinheiten, 5 bis 35 Gewichtsprozent, vorzugsweise 10 bis 30 Gewichtsprozent, Vinylacetateinheiten und 10 bis 50 Gewichtsprozent, vorzugsweise 30 bis 50 Gewichtsprozent, Ethylenoxideinheiten aufweist. Die Esterzahl des partiell solvolysierten Pfropfcopolymers liegt im Bereich von 50 bis 250 mg KOH/g, vorzugsweise 100 bis 200 mg KOH/g.

Der erfindungsgemäß eingesetzte partiell solvolysierte Polyvinylester wird ebenfalls durch Solvolyse mit einem Alkanol, vorzugsweise Methanol, hergestellt. Als Polyvinylester eignet sich insbesondere ein Polymer eines Vinylesters mit 2, 3 oder 4 Kohlenstoffatomen in der Säurekomponente, nämlich vorzugsweise Polyvinylacetat sowie Polyvinylpropionat und Polyvinylbutyrat. Die Viskosität der 4gewichtsprozentigen wäßrigen Lösung des partiell solvolysierten Polyvinylesters beträgt 3 bis 40 mPa·s, vorzugsweise 4 bis 20 mPa·s (gemessen bei einer Temperatur von 20°C). Die Esterzahl des partiell solvolysierten Polyvinylesters liegt im Bereich von 50 bis 280 mg KOH/g, vorzugsweise 100 bis 260 mg KOH/g.

Die erfindungsgemäße Polyvinylalkohol-Komposition besteht

vorzugsweise aus 35 bis 90 Gewichtsprozent des partiell  
solvolysierten Pfropfcopolymers, 2 bis 20 Gewichtspro-  
zent Wasser, 2 bis 20 Gewichtsprozent des mehrwertigen  
Alkanols und 5 bis 50 Gewichtsprozent des partiell  
5 solvolysierten Polyvinylesters.

Die erfindungsgemäße PVAL-Komposition enthält gegebenen-  
falls ein mehrwertiges, vorzugsweise 2 bis 5 Hydroxyl-  
gruppen aufweisendes, Alkanol mit einem Schmelzpunkt  
10 von 25 bis 100°C, vorzugsweise von 50 bis 100°C.

Besonders geeignete Alkanole sind Polyalkylenglykole,  
vorzugsweise Polyethylenglykol, mit einem mittleren  
Molekulargewicht (Gewichtsmittel) von 100 bis 50 000,  
vorzugsweise 100 bis 25 000. Weitere Beispiele sind  
15 Neopentylglykol, Pentaerythrit, Anhydroenneaheptitol und  
insbesondere Trimethylolpropan. Durch die Anwesenheit  
eines solchen Alkanols ist die thermoplastische Verar-  
beitbarkeit des modifizierten Pfropfcopolymers außeror-  
dentlich verbessert.

20

Ferner kann die erfindungsgemäße PVAL-Komposition noch  
Hilfsstoffe enthalten, die die thermoplastische Verar-  
beitung der Komposition erleichtern. Die Menge solcher  
Hilfsstoffe beträgt insgesamt höchstens 3 Gewichts-  
25 prozent, vorzugsweise 0,04 bis 1 Gewichtsprozent  
(bezogen auf die PVAL-Komposition). Geeignete Hilfs-  
stoffe sind vor allem Gleitmittel wie Stearinsäure,  
Wachse, feinteilige organosilikonisierte Kieselsäuren,  
vorzugsweise pyrogene, mit Organosilanen partiell umge-  
30 setzte Kieselsäuren, sowie Erdalkalistearate, vorzugs-  
weise Calciumstearat. Weiterhin kann die Komposition  
auch bekannte Antioxidantien und Farbstoffe enthalten.

Die erfindungsgemäße PVAL-Komposition wird üblicherweise  
35 durch homogenes Vermischen der einzelnen Komponenten  
miteinander hergestellt. Dabei werden die Komponenten a)  
und d) jeweils in Form eines Granulats eingesetzt, das

15.03.81

3110166

- 1 -  
9

vorzugsweise zu mindestens 70 Gewichtsprozent aus Partikeln mit einem Durchmesser von 0,2 bis 3,5 mm besteht. Besonders geeignet sind Granulate, deren Partikel zu mindestens 90 Gewichtsprozent Durchmesser von 0,2 bis 3,0 mm aufweisen. Die Polymeren a) und d) werden bei einer Temperatur von höchstens 60°C, vorzugsweise höchstens 50°C, intensiv und homogen mit dem Wasser und gegebenenfalls weiteren Komponenten vermischt. Dabei ist es vorteilhaft, wenn die Temperatur des Gemisches während des Mischvorgangs derart erhöht und wieder gesenkt wird, daß die Polymer-Partikel quellen und vorübergehend agglomerieren können. Zu diesem Zweck wird die Temperatur des Gemisches, ausgehend von Raumtemperatur, kontinuierlich zunächst bis zu einem Maximum erhöht und dann wieder gesenkt, wobei sich während der Temperatursteigerung lockere Agglomerate bilden können, die nach Erreichen des Temperaturmaximums leicht wieder zerfallen. Temperaturerhöhung und Temperatursenkung werden vorzugsweise in etwa gleichen Zeiträumen durchgeführt.

Das Vermischen wird üblicherweise in einer Vorrichtung durchgeführt, die eine intensive und bleibende Durchmischung der beteiligten Komponenten gewährleistet. Besonders geeignet sind Zwangsmischer mit vertikal oder horizontal angeordnetem Rührer sowie Planetenrührwerke.

Die Mischvorrichtung ist zweckmäßigerweise mit einer Heizeinrichtung ausgerüstet. Je nach Art der Mischvorrichtung erfolgt die Temperaturerhöhung durch Friktionswärme oder Mantelheizung. Das Mischverfahren kann auch kontinuierlich durchgeführt werden, vorzugsweise in einem waagrecht liegenden Reaktionsrohr mit Schaufelrührwerk oder Schnecke sowie in einem kontinuierlich arbeitenden Knetter, jeweils ausgerüstet mit den erforderlichen Heiz- und Kühlzonen. Für den gesamten Mischvorgang wird je nach Art und Menge der Komponenten und Art der Mischvorrichtung ein Zeitraum von 3 bis 30 Minuten benötigt.

Die erfindungsgemäße PVAL-Komposition ist ohne Schwierigkeiten thermoplastisch verarbeitbar, z.B. durch Pressen, Spritzgießen und Extrudieren. Sie eignet sich zur Herstellung von beliebigen Formkörpern, z.B. Platten, Rohren,  
5 Profilen, Fasern und insbesondere Folien, die sehr gut in Wasser löslich sind. Dies ist insofern überraschend, als bekanntlich höhermolekulare Polyethylenglykole mit Polyvinylalkohol nicht verträglich sind und sogar wasserunlösliche Coazervate bilden.

10

Ein besonderer Vorteil der erfindungsgemäßen Folien, die üblicherweise eine Dicke von 10 bis 100  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise von 20 bis 50  $\mu\text{m}$  aufweisen, besteht in ihrer guten Chemikalienresistenz, so daß auch chemisch aggressive Substanzen  
15 in Behältern aus solchen Folien aufbewahrt werden können. Solche aggressiven Substanzen sind insbesondere Verbindungen, die mit Wasser reagieren oder stark oxidierend oder reduzierend wirken, beispielsweise Phosphorpentachlorid, Natriumhydroxid, Natriumchlorit, Natriumdisulfit, Kaliumpermanganat, Hydroxylammoniumchlorid, Silbernitrat, Borax,  
20 Kaliumfluoborat, Glyoxalhydrat, Amidosulfonsäure und Paraformaldehyd. Diese Behälter sind vorzugsweise Beutel, die die Substanzen umhüllen und durch Zuschweißen verschließbar sind. Die Beutel werden zweckmäßigerweise jeweils in  
25 einem weiteren Beutel verpackt, der aus einer Folie aus wasserunlöslichem Material besteht, vorzugsweise Polyethylen; diese Folie hat üblicherweise eine Dicke von 50 bis 200  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise 75 bis 150  $\mu\text{m}$ .

10 Die Erfindung wird durch die nachstehenden Beispiele näher erläutert. Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht.

18.03.81

- 9 -

3110166

### Beispiel 1

In einem üblichen Zwangsmischer werden 4,8 kg eines granulatförmigen partiell solvolysierten Pffropfcopolymers, das 50 % Vinylalkoholeinheiten und jeweils 25 % Vinylacetat- und Ethylenoxideinheiten aufweist und dessen 4prozentige wäßrige Lösung bei 20°C eine Viskosität von 4 mPa·s zeigt, und 1,2 kg eines granulatförmigen, partiell solvolysierten Polyvinylacetats, das eine Esterzahl von 225 mg KOH/g aufweist und dessen 4prozentige wäßrige Lösung bei 20°C eine Viskosität von 15 mPa·s zeigt, vorgelegt. Beide Polymere bestehen zu 75 % aus Partikeln mit Durchmessern im Bereich von 0,3 bis 2,8 mm. Das Polymergemisch wird unter Rühren vermischt mit einer 40°C warmen Lösung von 180 g Polyethylenglykol (mittleres Molekulargewicht 20 000) in 180 g Wasser, wobei die Rührgeschwindigkeit  $1200 \text{ min}^{-1}$  beträgt. Nach 4 Minuten ist die Temperatur des Gemisches auf 40°C gestiegen. Nach insgesamt 5 Minuten werden in das Gemisch 36 g einer handelsüblichen, pyrogenen Kieselsäure, die partiell mit Organosilanolgruppen substituiert ist, eingerührt. Es resultiert ein gut rieselfähiges, nicht staubendes und nicht klebendes Granulat, aus dem durch Blasextrusion eine Folie mit einer Dicke von 30 µm hergestellt wird.

### Beispiel 2

Beispiel 1 wird wiederholt mit einem Gemisch aus 4 kg des partiell solvolysierten Pffropfcopolymers und 2 kg des partiell solvolysierten Polyvinylacetats. Es resultiert ein gut rieselfähiges, nicht staubendes und nicht klebendes Granulat, aus dem durch Blasextrusion eine Folie mit einer Dicke von 30 µm hergestellt wird.

18.03.81

3110166

12 - 10 -

Beispiel 3 (Anwendungsbeispiel)

Aus den nach den Beispielen 1 und 2 erhaltenen Folien (1) und (2) werden Beutel mit den Maßen 4 cm x 8 cm hergestellt. Die Beutel werden mit verschiedenen aggressiven Substanzen gefüllt und zugeschweißt. Als Umverpackung um diese Beutel dienen Beutel aus einer 100 µm dicken Polyethylenfolie, die ebenfalls zugeschweißt werden. Nach einer Lagerung von 4 Wochen in einem Klimaraum bei einer Temperatur von 23°C und einer relativen Luftfeuchte von 50 % wird das Aussehen und die Wasserlöslichkeit der Beutel bei 20°C geprüft.

Zum Vergleich werden entsprechende Beutel aus einer Folie (3), die durch Blasextrusion eines partiell solvolysierten Polvinylacetats (Esterzahl : 140 mg KOH/g; Viskosität der 4prozentigen wäßrigen Lösung bei 20°C : 18 mPa·s) hergestellt worden ist, mit den gleichen Substanzen gefüllt und zugeschweißt. Die Lagerung und Prüfung erfolgt entsprechend.

Die Ergebnisse sind aus der folgenden Tabelle ersichtlich

Aggressive Substanz	Aussehen		Wasserlöslichkeit (min)		
	(1)	(2)	(1)	(2)	(3)
Paraformaldehyd	unverändert	unverändert	5	5	15
Amidosulfonsäure	"	"	5	5	15
Borax	"	"	10	15	unlöslich
Glyoxalhydrat	"	verprödet	10	15	"
Hydroxylammoniumchlorid	"	unverändert	5	5	15
Kaliumfluorborat	"	"	5	5	15
Kaliumpermanganat	"	braun	5	6	30
Natriumdisulfit	"	unverändert	5	6	20
Silbernitrat	braun	braunschwarz	6	7	30
Phosphorpentachlorid	gelblich	braun	6	7	unlöslich
Natriumchlorit	unverändert	versprödet	5	6	45
Natriumhydroxid	gelb	gelb	5	7	unlöslich

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**